

中华人民共和国国家标准

GB 5124.4—85

GB 5124.4—85

硬质合金化学分析方法 过氧化物光度法测定钛量

Methods for chemical analysis of hardmetals
The photometric peroxide method for the
determination of titanium content

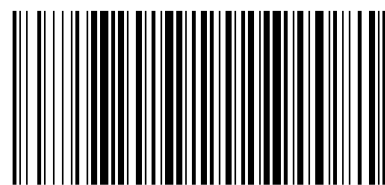
中华人民共和国
国家标准
硬质合金化学分析方法
过氧化物光度法测定钛量
GB 5124.4—85

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
网址 www.bzchs.com
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
1985年11月第一版 2005年8月第二次印刷

*
书号: 155066·1-24304 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB 5124.4—1985

1985-04-24 发布

1986-02-01 实施

国家标准局 批准

表 2

%

钛 量	二个独立测定结果的允许差	三个独立测定结果的允许差
0.20~5.00	0.10	0.12
>5.00~8.00	0.15	0.18
>8.00~15.00	0.20	0.25
>15.00	0.30	0.35

以合格测定值的算术平均值为最终结果。

中华人民共和国国家标准

硬质合金化学分析方法 过氧化物光度法测定钛量

Methods for chemical analysis of hardmetals
The photometric peroxide method for the
determination of titanium content

UDC 669.018.25
: 543.42 : 546
.821
GB 5124.4—85

本标准适用于碳化物和粘结金属的混合粉（无润滑剂和粘结剂）及所有牌号的预烧结或烧结过的硬质合金中钛量的测定。测定范围：0.20%以上。

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

本标准等效采用国际标准ISO 4501—1978《硬质合金—钛的测定—过氧化物光度法》。

1 方法提要

在硫酸介质中，钛与过氧化氢形成一种黄色过钛酸络合物，于分光光度计波长420nm处测量其吸光度。

在规定的条件下，凡与过氧化氢形成有色络合物的元素均有干扰。例如钒、钼定量地干扰测定，每种含量小于5% (m/m) 可以进行修正。

2 试剂

- 2.1 氟化氢铵。
- 2.2 硫酸铵。
- 2.3 亚硫酸氢钠。
- 2.4 柠檬酸溶液：溶解300g柠檬酸于700ml水中。
- 2.5 高氯酸（比重1.54或比重1.67）。
- 2.6 硫酸（比重1.84）。
- 2.7 硫酸（1+1）。
- 2.8 过氧化氢（比重1.10）。
- 2.9 氢氟酸（比重1.12）。
- 2.10 硝酸（比重1.42）。
- 2.11 钛标准溶液：用金属钛或二氧化钛配制。
- 2.11.1 用二氧化钛配制钛标准溶液

称取经计算含有0.2500g钛的二氧化钛，置于200ml锥形瓶中，加入10g硫酸铵（2.2）和10ml硫酸（2.6），盖好锥形瓶，加热至近沸，直至氧化物完全溶解，冷却。分次加入1ml过氧化氢（2.8），混匀，加入约50ml水，移入250ml容量瓶中，加入25ml硫酸（2.7），冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含1mg钛。

采用说明：国际标准中为无润滑剂。

国家标准局1985-04-24发布

1986-02-01实施

2.11.2 用金属钛配制钛标准溶液^①

称取约0.25g金属钛，精确至0.0001g，置于200ml锥形瓶中。加入30ml水和20ml硫酸(2.7)，盖好锥形瓶，缓慢加热并不断补充水，使体积保持恒定，直至金属完全溶解，冷却。加入约1ml过氧化氢(2.8)使钛氧化，混匀，加热蒸发水分至冒烟，冷却。加入10g硫酸铵(2.2)，缓慢加热直至锥形瓶壁上的沉积物全部溶解，冷却。加入约50ml水，移入250ml容量瓶中，加入25ml硫酸(2.7)，冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。计算溶液中钛的浓度(g/ml)。

3 仪器

分光光度计或光电比色计。

4 试样

在不会改变样品成分的研钵中，将试验室样研碎成粉末，并通过0.18mm筛孔。

5 分析步骤**5.1 安全措施**

使用高氯酸时必须避免高氯酸与有机物接触。

5.2 测定数量

分析时应称取二份或三份试样进行测定。

5.3 试样量

按表1称取试样。

表1

钛量, %	试样量, g	容量瓶体积, ml	比色皿光径, cm
0.2~4	0.2000	250	2
2~8	0.2000	250	1
5~15	0.2000	500	1
10~30	0.1000	500	1

注：用1cm光径比色皿钛浓度约为17mg/250ml时应给出单位吸光度。

5.4 测定**5.4.1 溶样**

将试样(5.3)置于250ml烧杯中，加入5g硫酸铵(2.2)、10ml硫酸(2.6)，盖上表皿，加热至近沸，直至完全溶解。

另一种溶样方法：将试样(5.3)置于铂皿中，加入10ml水、5ml氢氟酸(2.9)，用聚丙烯表皿或铂表皿盖好铂皿，加热至约80℃，滴加硝酸(2.10)直到试样完全溶解，取下冷却。加入10ml硫酸(2.6)和5g硫酸铵(2.2)，加热至冒硫酸烟，冷却。

若残留有任何未溶颗粒或含碳物质，则将溶液冷却至低于100℃，小心加入1ml高氯酸(2.5)，加热至冒高氯酸烟，然后冷至室温。

采用说明：① 配制钛标准溶液，国际标准用高纯金属钛或二氧化钛，含量大于0.01%(m/m)的各杂质均经分析。

5.4.2 分析溶液的制备

分次加入1ml过氧化氢(2.8)，混匀。边摇动边分次加入30ml柠檬酸溶液(2.4)，加入40ml水。

按表1选取适当体积的容量瓶，然后按下述操作：

5.4.2.1 使用250ml容量瓶

将溶液移入250ml容量瓶中，加入25ml硫酸(2.7)，用水稀释至接近刻度，混匀，冷却至室温。加入1ml过氧化氢(2.8)，混匀，用水稀释至刻度，混匀。

5.4.2.2 使用500ml容量瓶

将溶液移入500ml容量瓶中，加入30ml柠檬酸溶液(2.4)、50ml硫酸(2.7)，用水稀释至接近刻度，混匀，冷却至室温。加入2ml过氧化氢(2.8)，混匀，用水稀释至刻度，混匀。

5.4.3 参比溶液的制备

将约30ml显色后的溶液(5.4.2)置于50ml烧杯中，加入约0.2g亚硫酸氢钠(2.3)，使溶液褪色。如有必要再添加亚硫酸氢钠(2.3)。

5.4.4 测量吸光度

选取适当光径的比色皿。使用同一个或配对的比色皿，以参比溶液(5.4.3)为参比，于分光光度计波长420nm处测量显色后的溶液(5.4.2)的吸光度。

5.4.5 干扰的消除**5.4.5.1 钒干扰的消除**

将30ml显色后的溶液(5.4.2)置于50ml烧杯中，加入约0.3g氟化氢铵^①(2.1)以破坏钛的有色络合物，待3min后剩下的颜色是钒的颜色。以参比溶液(5.4.3)为参比，于分光光度计波长420nm处测量钒的吸光度。并从钒钛含量的吸光度中减去钒的吸光度。

5.4.5.2 钼干扰的消除

过氧化钼络合物的颜色是淡色的，不能通过化学方法消除，但可根据钼量计算出校正值。通常在420nm处，试样中存在1%(m/m)的钼约相当于0.08%(m/m)的钛。但必须用测量时用的分光光度计来确定该校正值。

5.5 工作曲线的绘制^②

移取0.00、3.00、6.00、9.00、12.00、15.00ml钛标准溶液(2.11)，置于一组200ml锥形瓶中，分别加入5g硫酸铵(2.2)、10ml硫酸(2.6)，各分次加入1ml过氧化氢(2.8)，混匀。边摇动边分次加入30ml柠檬酸溶液(2.4)，加入40ml水，以下按5.4.2.1(或5.4.2.2)项和5.4.3~5.4.4款进行。以钛量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的计算^②

按下式计算钛的百分含量：

$$\text{Ti}(\%) = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

式中： m_1 ——在工作曲线上查得的相应的钛量，g；

m_0 ——试样量，g。

7. 允许差

二个或三个独立测定结果的极差值应不大于表2所列允许差：

采用说明：① 国际标准为加入约0.1g氟化氢铵。

② 国际标准的规定见附录A(补充件)。